

2589.600

PATENT APPLICATION



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:)
Eun Kyoung KIM et al. : Examiner: To be assigned
)
 : Group Art Unit: To be assigned
Application No.: To be assigned)
 :
Filed: Herewith)
 :
For: PHOTOCROMIC DIARYLETHENE)
SUBSTITUTED WITH ISOXAZOLE GROUP June 27, 2001

Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

CLAIM TO PRIORITY

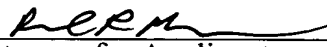
Sir:

Applicants hereby claim priority under the International Convention and all rights to which they are entitled under 35 U.S.C. § 119 based upon the Korean Priority Application No. 01-11544 filed March 6, 2001.

A certified copy of the priority document and an English translation are enclosed.

Applicants' undersigned attorney may be reached in our New York office by telephone at (212) 218-2100. All correspondence should continue to be directed to our address given below.

Respectfully submitted,



Attorney for Applicants
Raymond R. Mandra
Registration No. 34,382

FITZPATRICK, CELLA, HARPER & SCINTO
30 Rockefeller Plaza
New York, New York 10112-3801
Facsimile: (212) 218-2200

TRANSLATION



**KOREAN INTELLECTUAL
PROPERTY OFFICE**

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

Application Number : 2001, Patent Appl. No. 11544

Date of Application : March 06, 2001

Applicant(s) : Korea Research Institute of Chemical
Technology

April 04, 2001

COMMISSIONER

TRANSLATION

[Title of Document]	Application for Patent Registration
[Receiver]	Commissioner of KIPO
[Filing Date]	March 06, 2001
[Title in Korean]	이속사줄기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물
[Title in English]	New photochromic diarylethene substituted with isoxazo group
[Applicant]	
[Name in Korean]	한국화학연구원
[Name]	Korea Research Institute of Chemical Technology
[Code]	3-1998-007765-1
[Agent]	
[Name]	Sang Hoon, HUH
[Code]	9-1998-000602-6
[General Code]	1999-004160-2
[Inventor]	
[Name in Korean]	김은경
[Name in English]	KIM, Eun Kyoung
[ID No.]	590108-2178415
[Zip Code]	305-720
[Address]	101-702 Daerim Doore Apt., Shinsung-dong, Yuseong-ku, Daejeon, Republic of Korea
[Nationality]	KR
[Inventor]	
[Name in Korean]	조성윤
[Name in English]	CHO, Song Yun
[ID No.]	730115-1267319
[Zip Code]	220-130
[Address]	101-601 Shamho Apt., Usan-dong, Wonju City, Kangwondo, Republic of Korea
[Nationality]	KR

TRANSLATION

[Inventor]

[Name in Korean]	전동주
[Name in English]	JEON, Dong Ju
[ID No.]	560509-1006818
[Zip Code]	305-707
[Address]	106-503 Samsung Hanwool Apt., Shinsung-dong, Yusung-ku, Daejeon, Republic of Korea
[Nationality]	KR

[Inventor]

[Name in Korean]	김영미
[Name in English]	KIM, Young Mi
[ID No.]	780301-2470779
[Zip Code]	302-170
[Address]	202, Galma-dong 951, Seo-ku, Daejeon, Republic of Korea

[Nationality]

KR

[Examination]

Requested

[Purpose]

Pursuant to Article 42 of Korean Patent Law, I hereby
file the present application and pursuant to Article 60
of Korean Patent Law, I hereby request for
examination.

Agent Sang Hoon HUH (seal)

[Fee]

[Basic Fee]	20 pages	₩ 29,000
[Additional Fee]	12 pages	₩ 12,000
[Fee for claiming Priority]	0	₩ 0
[Fee for examination]	9 claims	₩ 397,000
[Total]	₩ 438,000	

[Reason for Reduction & Exemption]	Research Institute contributed by government
[Fee after Reduction & Exemption]	₩ 219,000

[Attached Documents]

1. Abstract, Specification(Formal drawing)_1

J1000 U.S. PTO
09/892655
06/28/01

대한민국 특허청

KOREAN INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE

별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출원 번호 : 특허출원 2001년 제 11544 호
Application Number

출원 년 월 일 : 2001년 03월 06일
Date of Application

출원인 : 한국화학연구원
Applicant(s)



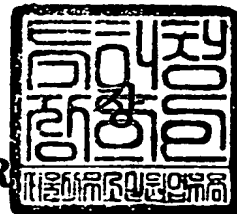
2001 년 04 월 04 일

특

허

청

COMMISSIONER



【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2001.03.06
【발명의 명칭】	이속사줄기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물
【발명의 영문명칭】	New photochromic diarylethene substituted with isoxazo group
【출원인】	
【명칭】	한국화학연구원
【출원인코드】	3-1998-007765-1
【대리인】	
【성명】	허상훈
【대리인코드】	9-1998-000602-6
【포괄위임등록번호】	1999-004160-2
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김은경
【성명의 영문표기】	KIM, Eun Kyoung
【주민등록번호】	590108-2178415
【우편번호】	305-720
【주소】	대전광역시 유성구 신성동 대림두레아파트 101-702
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	조성운
【성명의 영문표기】	CHO, Song Yun
【주민등록번호】	730115-1267319
【우편번호】	220-130
【주소】	강원도 원주시 우산동 삼호 Apt. 101동 601호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	전동주
【성명의 영문표기】	JEON, Dong Ju
【주민등록번호】	560509-1006818

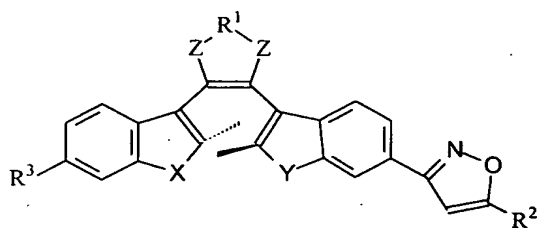
【우편번호】	305-707
【주소】	대전광역시 유성구 신성동 삼성한울아파트 106동 503호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김영미
【성명의 영문표기】	KIM, Young Mi
【주민등록번호】	780301-2470779
【우편번호】	302-170
【주소】	대전광역시 서구 갈마동 951번지 202호
【국적】	KR
【심사청구】	청구
【취지】	특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인 허상훈 (인)
【수수료】	
【기본출원료】	20 면 29,000 원
【가산출원료】	12 면 12,000 원
【우선권주장료】	0 건 0 원
【심사청구료】	9 항 397,000 원
【합계】	438,000 원
【감면사유】	정부출연연구기관
【감면후 수수료】	219,000 원
【첨부서류】	1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 이속사졸기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물에 관한 것으로, 다음 화학식 1로 표시되는 화합물은 여러 고분자 매체, 특히 광중합이 가능한 불소화된 디아크릴레이트 단량체와의 분산성이 우수하며, 이로부터 제조된 박막은 자외선 조사시 뛰어난 광변색 특성 및 우수한 기계적 강도를 나타낸다.

화학식 1



상기 화학식 1에서: R¹은 결합선, 산소원자, 또는 불소로 치환 또는 비치환된 C₁~C₃ 알킬렌기이고; R²는 수소원자, (CR⁴H)_nOH 또는 C₆(R⁵)_mH₁이며; R³는 페닐이속사졸기, 하이드록시메틸이속사졸기, 아세틸기, 수소원자, 하이드록시기, 페닐기 중에서 선택된 것이며; R⁴는 C₁~C₁₀의 알킬기이며; R⁵는 R⁴와 같거나 염소, 니트로 또는 브롬이고; X 및 Y는 각각 독립적으로 산소, 질소 또는 황 원자이며; Z는 불소로 치환 또는 비치환된 메틸렌기 또는 카르보닐기이고; n, m 및 l은 1 ~ 5의 정수이다.

【대표도】

도 1

【색인어】

이속사졸기, 디아릴에텐, 광변색, 분산성

【명세서】**【발명의 명칭】**

이속사졸기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물 {New photochromic diarylethene substituted with isoxazol group}

【도면의 간단한 설명】

도 1은 본 발명의 신규 디아릴에텐계 화합물이 분산된 폴리카보네이트 광변색 박막(실시예 11)에 365 nm의 단파장을 조사할 때 나타나는 분광흡수 스펙트럼의 변화를 나타낸다.

도 2는 본 발명의 신규 디아릴에텐계 화합물이 분산된 광가교된 아크릴레이트 광변색 박막(실시예 12)에 365 nm의 단파장을 조사할 때 나타나는 분광흡수 스펙트럼의 변화를 나타낸다.

도 3은 본 발명의 신규 디아릴에텐계 화합물이 분산된 열가교된 아크릴레이트 광변색 박막(실시예 14)에 365 nm의 단파장을 조사할 때 나타나는 분광흡수 스펙트럼의 변화를 나타낸다.

【발명의 상세한 설명】**【발명의 목적】****【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】**

<4> 본 발명은 이속사졸기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물에 관한 것으로

로, 다음 화학식 1로 표시되는 화합물은 여러 고분자 매체, 특히 광중합이 가능한 불소화된 디아크릴레이트 단량체와의 분산성이 우수하며, 이로부터 제조된 박막은 자외선 조사시 뛰어난 광변색 특성 및 우수한 기계적 강도를 나타내어, 광기록재료, 광스위치 등에 적용될 수 있는 광변색성 신규 디아릴에텐계 화합물에 관한 것이다.

<5> 디아릴에텐계 광변색 화합물은 1985년에 합성된 이래 광조사후 열에 의한 변색이 일어나지 않으면서 안정한 광변색성 화합물로 알려져 왔다[Japan Kokai Tokkyo Koho; JP 86-263935; J. Org. Chem., 1991, 49, 373]. 이에 따라 다양한 유도체들의 합성 방법이 연구되어 왔으며 이를 가역적 광디스크, 소거가능형 광디스크, 광집적 소자용 광스위치, 유기 감광체, 광전극등에 이용하려는 연구가 많이 발표되고 있다[Japan Kokai Tokkyo Koho; JP 91-261782, 91-261781, 91-261762, 92-178383, 92-178382, 94-199846, 91-135977, 93-59025, 93-169820, 93-11406, 93-301873, 94-267071, 95-72567, 96-69083, 96-245579, 97-61647, 97-80681; Takeshita, M; Uchida, K; Irie, M. Chem. Commun., 1996, 1807-1808].

<6> 상기의 디아릴에텐계 화합물은 자외선에 노출될 때 색이 변하고, 이어서 다른 파장의 광을 조사하면 화합물의 본래의 색으로 되돌아 오는 화합물로서 광에 의한 색변화 또는 압색화가 유발되는 용도에 사용하기 위한 여러 가지 유형의 광호변성 화합물이 제안되어 왔다[Japan Kokai Tokkyo Koho; JP 95-89954, 97-71585, 97-77743, 97-77767, 05-30173].

<7> 그 중 1,2-비스(2-메틸-벤조[b]티오펜-3-일)헥사플루오로시클로펜텐과 같은

불소 치환된 디아릴에텐 화합물은 안정성이 높으면서 광변색성이 빠르기 때문에, 고분자 수지와 함께 용해하여 용액 코팅법에 의하여 광기록막을 제조하는 방법이 발표되었다[J. Org. Chem., 1991, 49, 373]. 그러나, 1,2-비스(2-메틸-벤조[b]티오펜-3-일)헥사플루오로시클로펜텐과 같이 플로르 치환된 디아릴에텐 화합물을 고분자 수지에 도입하게 되면, 고분자 수지와 상용성이 충분하지 못하여 균일한 박막 제조가 어렵고, 수지내에 도입될 수 있는 농도가 낮아 광변색 효율이 낮다. 효율을 높이기 위하여 플로르 치환된 디아릴에텐 화합물을 고분자 수지내에 많이 도입하게 되면, 박막이 불투명하게 될 뿐만아니라, 장시간 보존 중에 디아릴에텐 광변색 화합물이 고분자 매체로부터 용출되어 나와 상분리가 일어난다. 이에 따라 장시간 사용할 때 광기록의 신뢰성 및 보존안정성이 결여되는 문제가 있다. 특히, 광학적으로 응용될 때 가역적으로 광변색성이 일어나면서 굴절률 변화를 동반하게 되는데, 디아릴에텐의 상분리 문제는 광변색도나 굴절률 변화가 반복될 때마다 다르게 나오므로 신호처리 및 해독에 오차를 가져오게 된다. 이러한 문제를 해결하기 위하여 벤젠환이 치환된 1-(6'-아세틸-2'-메틸-벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸-벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐 및 기타 치환기가 도입된 디아릴 에텐 화합물이 발표되어 다소 상용성의 문제는 해결되었으나[Japan Kokai Tokkyo Koho; JP 05-301873; Irie, M. Chem. Rev., 2000, 1685-1716], 감도가 불충분하다는 단점이 있고 낮은 광변색 효율로 인해 기록재료로서의 응용에는 한계가 있다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<8> 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위해 광변색 효율이 뛰어나며 여러 고분자 매

체에 분산이 가능하여 기록재료나 광스위치 등에의 응용이 가능한 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물을 제조하기 위하여 연구한 결과, 이속사졸이 도입된 디아릴에텐 화합물이 광변색 효율이 우수하며, 폴리올레핀, 폴리카보네이트 등 고분자와 상용성이 향상되어 광변색 특성이 우수한 박막 제조가 가능함을 발견하고 본 발명을 완성하게 되었다.

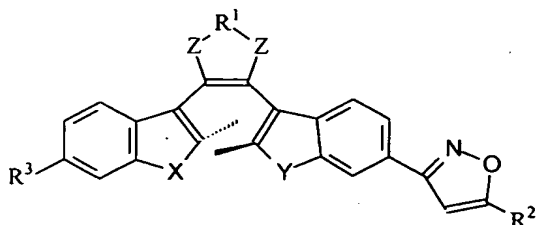
<9> 따라서, 본 발명의 첫번째 목적은 광변색 효율이 뛰어나며 여러 고분자 매체와 상용성이 우수한 특성을 가지는 디아릴에텐계 화합물을 제공하는 것이고, 두번째 목적은 상기 디아릴에텐계 화합물이 포함된 광변색 박막 조성물 및 박막 제법을 제공하는 것이며, 세번째 목적은 디아릴에텐계 화합물을 포함하는 중합 가능 조성물 및 박막 제법을 제공하는 것으로서, 특히 광중합이 가능한 불소화된 디아크릴레이트 단량체를 포함하는 광변색 박막 조성물 및 박막 제법을 제공하는 것이다.

【발명의 구성 및 작용】

<10> 본 발명은 다음 화학식 1로 표시되는 이속사졸기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물을 특징으로 한다.

<11> 화학식 1

<12>



<13> 상기 화학식 1에서 :

<14> R¹은 결합선, 산소원자, 또는 불소로 치환 또는 비치환된 C₁~C₃ 알킬렌기이고; R²는 수

소원자, $(CR^4H)_nOH$ 또는 $C_6(R^5)_mH_l$ 이며; R^3 는 페닐이속사줄기, 하이드록시메틸이속사줄기, 아세틸기, 수소원자, 하이드록시기, 페닐기 중에서 선택된 것이며; R^4 는 $C_1 \sim C_{10}$ 의 알킬기이며; R^5 는 R^4 와 같거나 염소, 니트로 또는 브롬이고; X 및 Y 는 각각 독립적으로 산소, 질소 또는 황 원자이며; Z 는 불소로 치환 또는 비치환된 메틸렌기 또는 카르보닐기이고; n , m 및 l 은 1 ~ 5의 정수이다.

<15> 이러한 상기 화합물을 제조하는 방법으로는,

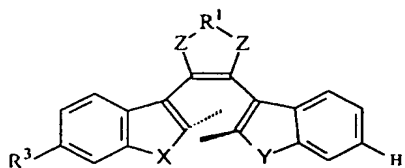
<16> 1) 다음 화학식 2로 표시되는 디아릴에텐계 화합물을 포밀화시키는 공정,

<17> 2) $NH_2OH \cdot HCl$ 및 염기성 수용액을 순차적으로 첨가하여 반응시킨 다음 N-클로로석신아미드(NCS)를 첨가하여 반응시키는 공정,

<18> 3) R^2 로 치환된 아세틸렌 화합물 및 염기성 촉매를 첨가하여 반응시키는 공정을 포함한다.

<19> 화학식 2

<20>



<21> 상기 화학식 2에서 :

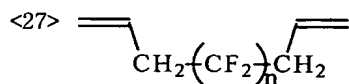
<22> R^1 은 결합선, 산소원자, 또는 불소로 치환 또는 비치환된 $C_1 \sim C_3$ 알킬렌기이고; R^3 는 페닐이속사줄기, 하이드록시메틸이속사줄기, 아세틸기, 수소원자, 하이드록시기, 페닐기 중에서 선택된 것이며; X 및 Y 는 각각 독립적으로 산소, 질소 또는 황 원자이며; Z 는 불소로 치환 또는 비치환된 메틸렌기 또는 카르보닐기이다.

<23> 본 발명의 신규 디아릴에텐계 화합물을 포함하는 광변색성 조성물로는, 광변색 박막 조성물과 광중합 또는 열중합이 가능한 광변색 박막 조성물이 있다.

<24> 먼저, 광변색 박막조성물은, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물 0.1 ~ 90 중량%와; 폴리올레핀, 폴리카보네이트, 폴리메틸메타아크릴레이트, 폴리에스테르, 폴리비닐알코올, 폴리우레탄 및 폴리아미드 중에서 선택된 1종 이상의 수지 10 ~ 89.9 중량%와; 1종 또는 2종 이상의 유기용매 10 ~ 89.9 중량%를 포함한다.

<25> 또한, 광중합 또는 열중합이 가능한 광변색 박막 조성물은, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물 0.1 ~ 90 중량%와; 다음 화학식 3로 표시되는 불소화된 디아크릴레이트 단량체 10 ~ 99.8 중량%와; 불포화기를 가지는 단량체나 올리고머 0 ~ 80 중량%(첨가하지 않아도 무방함)와; 열개시제 및 광개시제 중에서 선택된 중합개시제 0.1 ~ 10 중량%와; 1종 또는 2종 이상의 유기용매 0 ~ 90 중량%(첨가하지 않아도 무방함)를 포함한다.

<26> 화학식 3

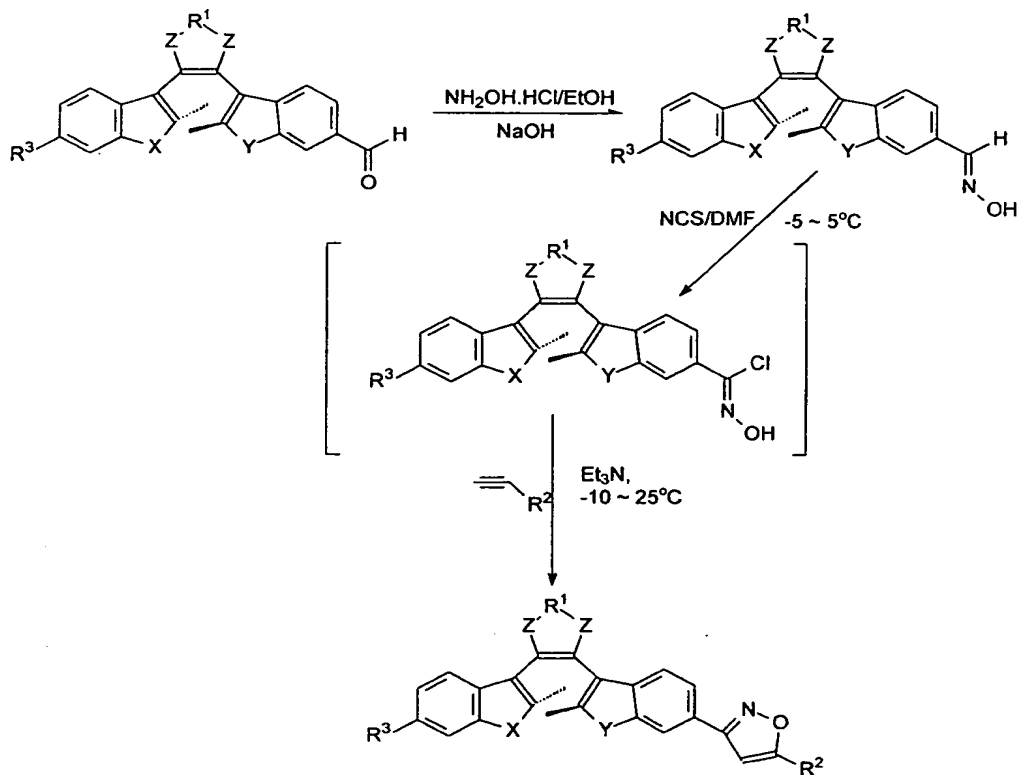


<28> 상기 화학식 3에서, n은 0 ~ 10의 정수이다.

<29> 본 발명의 광변색 효율이 뛰어나며 여러 고분자 매체와 상용성이 우수한 특성을 가지는 상기 화학식 1의 디아릴에텐계 화합물은 다음과 같은 방법으로 제조된다. 즉, 시판되거나 공지의 방법[Irie, M.; Miyatake, O.; Uchida, K; Eriguchi T. JACS, 9894(1994)]으로 제조되는 R³로 치환된 디아릴에텐(화학식 2)을 포밀화시키고, 이를 N-

옥심으로 바꾼 후, R²로 치환된 아세틸렌 화합물과 반응시켜 제조된다. 자세한 반응 과정은 다음 반응식 1에 정리되어 있다.

<30> 【반응식 1】



<31> 1) 상기 화학식 2로 표시되는 디아릴에테네 화합물을 포밀화시키는 공정을 수행한다. 이때, 포밀화반응은 공지의 방법을 이용하여 제조된다[Irie, M.; Miyatake, O.; Uchida, K; Eriguchi T. JACS, 1994, 9894].

<32> 2) N-옥심으로 치환하는 공정을 수행한다. 먼저, 디메틸포름아미드에 녹이고, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 및 염기성 수용액을 순차적으로 첨가하여 반응시킨다. 그런 다음, N-클로로석신아미드(NCS)를 첨가하여 반응시키고, 분리 및 정제한다.

<33> 3) 치환된 아세틸렌 화합물 및 염기성 촉매를 첨가하여 반응시키는 공정을 수행한다. 먼저, 메틸렌클로라이드에 녹인 다음, 상기 화합물과 촉매를 첨가한다. 이때, 반응 온도는 $-10 \sim 30^{\circ}\text{C}$ 이며, 반응 시간은 5분 ~ 10시간이다. 상기 염기성 촉매는 트리에틸아민을 사용할 수 있으며, 합성에 사용되는 용매, 반응시간, 반응온도 및 정제 방법은 합성하는 유기 화합물에 따라 다르다. 합성된 디아릴에텐계 유기화합물은 NMR, IR 등으로 확인된다.

<34> 다음으로, 본 발명의 디아릴에텐계 화합물을 포함하는 조성물을 그 성분별로 더욱 구체화하여 설명하면 다음과 같다.

<35> 먼저, 광변색 박막 조성물은 1) 상기 화학식 1로 표시되는 디아릴에텐계 화합물 중에서 선택된 1종 이상의 화합물 0.1 ~ 90 중량%, 2) 폴리올레핀, 폴리카보네이트, 폴리메틸메타아크릴레이트, 폴리에스테르, 폴리비닐알코올, 폴리우레탄 및 폴리이미드 중에서 선택된 공지의 고분자 수지 10 ~ 89.9 중량%, 3) 1종 또는 2종 이상의 유기용매 10 ~ 89.9 중량%로 조성비를 맞춘 후 이를 $15 \sim 130^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 교반하여 제조된다.

<36> 여기서, 상기 유기용매는 아세톤, 헥산, 아세토니트릴, $\text{C}_1 \sim \text{C}_{10}$ 알코올, 디메틸포름아미드(DMF), 테트라알콕시실란, 트리알콕시실란, 디알콕시실란, 황산, 염산, 유기산, 디메틸술폭사이드, 피리딘, N-메틸피롤리돈(NMP), 술포란, 알파-메틸나프탈렌, 메톡시나프탈렌, 클로로나프탈렌, 디페닐에탄, 에틸렌글리콜, 퀴놀린, 디클로로메탄, 디클로로벤젠, 디클로로톨루엔, 프로필렌카보네이트, 크실렌, 메틸에틸케톤, 클로로포름, 메틸렌클

로라이드, 트리클로로에탄, 트리클로로에틸렌, 테트라히드로푸란, 1,4-디옥산 및 물 등에서 선택될 수 있다.

<37> 상기 조성물에는 증점제, 산화방지제, 자외선방지제 등 당업계에서 알려져 있는 화합물이 목적에 따라 추가로 첨가될 수 있다. 상기 조성물은 몰드에 담으면 광변색 성형체가 제조되고, 실리콘웨이퍼 및 유리기판 등의 지지체에 스프레이, 딥코팅 및 스핀 코팅 등의 방법으로 코팅한 후 15 ~ 130℃의 온도에서 용매를 휘발하거나 감압하에서 가공하면 박막이 제조된다.

<38> 이렇게 제조된 박막은 200 ~ 500 nm의 파장영역에서 우수한 흡수도를 나타낸다. 또한, 제조된 박막에 햇빛이나 자외선과 같은 광을 조사하면, 300 ~ 800 nm의 파장영역에서 우수한 흡수도를 나타내는 디아릴에텐계 화합물 박막이 제공된다.

<39> 본 발명에서 제공되는 디아릴에텐계 화합물은 불포화 화합물을 포함하는 열 또는 광중합성 조성물과의 상용성이 우수하다. 특히, 불소화된 불포화 화합물 단량체에 분산이 가능하면서도 200 ~ 800 nm 영역에서 흡수 피이크가 나타나고 광변색성이 우수하여 표시소자, 광집적소자, 센서, 기록소자 및 광학소자에 응용 가능성이 매우 높다.

<40> 중합가능 광변색 박막 조성물은 1) 상기 화학식 1로 표시되는 디아릴에텐계 화합물 중에서 선택된 1종 이상의 화합물 0.1 ~ 90 중량%, 2) 상기 화학식 3으로 표시되는 불소화된 디아크릴레이트 단량체 10 ~ 99.8 중량%, 3) 불포화기를 가지는 단량체나 올리고머 0 ~ 80 중량%(첨가하지 않아도 무방), 4) 열개시제 및 광개시제 중에서 선택된 1종 이상의 중합개시제 0.1 ~ 10 중량%, 5) 1종 또는 2종 이상의 유기용매 0 ~ 90 중량

% (첨가하지 않아도 무방)를 혼합하여 제조된다. 여기서, 불포화기를 가지는 단량체는 메틸메타아크릴레이트, 부틸메타아크릴레이트, 스티렌, 알파-메틸스티렌 등이다. 그리고, 중합개시제로는 벤조일퍼옥사이드, 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN), 비스(1,1-디메틸에틸)퍼옥사이드(DTBP) 등의 열개시제나, 1-히드로씨클로헥실 페닐케톤, 벤조페논, 2-히드록시-1-[4-(히드록시에톡시)페닐]-2-메티-프로판논, 2,2-디메톡시-2-페닐아세토페논, 불소화된 디아릴티타노신 및 2,2-비스(히드록시메틸)프로피온산(DMPA) 등의 광개시제를 사용할 수 있다. 또한, 상기 조성물에는 중합지연제, 증점제, 산화방지제, 자외선 방지제 등 당업계에서 알려져 있는 화합물이 목적에 따라 추가로 첨가될 수 있다. 상기 조성물은 몰드에 담으면 광변색 성형체가 제조되고, 실리콘웨이퍼 및 유리기판 등 지지체에 코팅한 후 15 ~ 130℃의 온도에서 가공하거나, 광조사에 의해 박막으로 제조할 수 있다.

<41> 상기 화학식 1로 표시되는 화합물, 또는 광변색 박막 조성물은 알루미늄 호일, 알루미늄 드럼, 알루미늄 판, 백금, 마일러 필름, 구리 판, 전도성 유리 및 전도성 플라스틱 중에서 선택된 전도성 전극 지지체; 또는 폴리프로필렌, 프로필렌 카보네이트, 폴리메틸메타아크릴레이트, 폴리우레탄, 통상의 플라스틱 및 통상의 유리 중에서 선택된 지지체상에 피복되어 디아릴에텐계 박막을 형성할 수 있으며, 광기록 매체, 광변색창, 표시소자, 플라스틱 거울, 광변색필터, 광스위치, 감광드럼, 기록소자, 태양전지, 렌즈, 섬유, 또는 광학소자를 제조하는데 원료로 사용될 수 있다.

<42> 이하, 본 발명을 실시예에 의거하여 보다 명백하게 기술하겠는바, 본 발명의 범위가 실시예에 한정되는 것은 아니다.

<43> 실시예 1 : 1-(6'-옥시모일-2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(OMBTF6)의 합성

<44> 1-(6'-포밀-2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(FMBTF6)(3 g)을 에탄올 50 mL에 녹였다. 반응 혼합물에 $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (0.63 g)을 넣은 후 10분 동안 교반하였다. NaOH (0.36 g)을 물 1 mL에 녹인 후, 이를 반응물에 적하하였다. 반응이 종결되면 물과 메틸렌 클로라이드로 추출한 후, 유기층을 MgSO_4 로 수분을 제거하였다. 감압하에서 용매를 제거한 후, 플래시 크로마토그래피(Flash chromatography, 에틸아세테이트/헥산=1/7)로 분리하여 OMBTF6(2.0 g)을 합성하였다(수득율 65%).

<45> ^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) δ 1.73 (s, 1H), 2.21 (s, 3H), 2.49 (s, 3H), 7.17-7.45 (m, 2H), 7.54~7.83 (m, 5H), 8.20 (s, 1H); MS m/z 511 (M^+ , 100), 493 (18), 478 (5), 464 (26), 419 (10)

<46> 실시예 2 : 1-(6'-클로로-옥시모일-2'2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(COMBTF6)의 합성

<47> 상기 실시예 1에서 얻은 OMBTF6(1.3 g)을 DMF 30 mL에 녹인 후, 0 °C로 온도를 내렸다. 반응 혼합물에 N-클로로석신이미드(0.51 g)을 천천히 첨가하였다. 반응물이 실온이 될 때까지 방치한 후, 반응이 종결되면 물과 메틸렌클로라이드로 추출하였다. 유기층을 NaCl 수용액으로 씻은 후, MgSO_4 로 수분을 제거하고, 감압하에서 용매를 제거

하여, COMBTF6(1.26 g)을 합성하였다(수득율 91%).

<48> 실시예 3 : 1-(6'-(5-하이드록시메틸이속사졸)-2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일) 헥사플루오로시클로펜텐(IMBTF6)의 합성

<49> 상기 실시예 2에서 얻은 CMBTF6(1.26 g)을 메틸렌 클로라이드 20 mL에 녹인 후, 0 °C로 온도를 내렸다. 반응 혼합물에 프로파길 알코올(0.26 g)을 넣은 후, 트리에틸아민(0.47 g)을 적하하였다. 반응물이 실온이 될 때까지 방치한 후, 반응이 종결되면 물과 메틸렌 클로라이드로 추출하였다. 유기층을 NaCl 수용액으로 씻은 후, MgSO₄로 수분을 제거하고 감압하에서 용매를 제거하였다. 플래시 크로마토그래피(에틸아세테이트/헥산=1/5)로 분리하여 IMBTF6을 합성하였다(수득율 74%).

<50> ¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) δ 1.70 (s, 1H), 2.23 (s, 1H), 2.50 (s, 1H), 4.84 (s, 2H), 6.60 (s, 1H), 7.16~7.41 (m, 2H), 7.50~7.83 (m, 4H), 8.12 (s, 1H) ; MS m/z 565 (M⁺, 100), 550 (6), 534 (25), 506 (9), 495 (3)

<51> 실시예 4 : 1-(6'-(5-페닐이속사졸)-2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(PIMBTF6)의 합성

<52> 상기 실시예 3에서 얻은 COMBTF6(2.57 g)을 메틸렌클로라이드 40 mL에 녹인 후, 온도를 0 °C로 내렸다. 반응 혼합물에 페닐아세틸렌(0.96 g)을 넣은 후, 트리에틸아민(0.95)을 적하하였다. 반응물이 실온이 될 때까지 방치하고, 반응이 종결된 후 물과 메틸렌 클로라이드로 추출하였다. 유기층을 NaCl 수용액으로 씻은 후,

MgSO₄로 수분을 제거하고, 감압하에서 용매를 제거하여 PIMBTF6을 제조하였다(수득율 85%). 고순도 정제를 위해 생성물을 플래시 크로마토그래피(에틸아세테이트/헥산 =4/1))로 분리하여 PIMBTF6을 무색결정으로 얻었다.

<53> ¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) δ 2.24 (s, 3H), 2.52 (s, 3H), 3.07 (s, 1H), 7.19~7.90 (m, 11H), 8.20 (s, 1H); MS m/z 611 (M⁺, 44), 582 (2), 549 (4), 512 (33), 493 (71).

<54> 실시예 5 : 디(6'-페닐이속사졸-2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐 (DPIMBTF6)의 합성

<55> 상기 실시예 1의 방법에 따라, 디(6'-포밀-2'-메틸-벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(DFMBTF6)(3 g)을 에탄올 50 mL에 녹였다. 반응 혼합물에 NH₂OH·HCl(1.33 g)을 넣은 후 20분 동안 교반하였다. NaOH(0.7g)을 물 2 mL에 녹인 후, 이를 반응물에 적하하였다. 반응이 종결되면 물과 메틸렌 클로라이드로 추출한 후, 유기층을 MgSO₄로 수분을 제거하였다. 이렇게 얻은 생성물을 상기 실시예 2 ~ 4와 동일한 방법으로 반응시켜, DPIMBTF6을 제조하였다(수득율 70%).

<56> ¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) δ 1.73 (s, 1H), 2.21 (s, 3H), 2.49 (s, 3H), 7.17~7.45 (m, 2H), 7.54~7.83 (m, 5H), 8.20 (s, 1H).

<57> 제조예 1 : 불소화된 디아크릴레이트 단량체(TFBDA)의 제조

<58> 테트라플루오르-1,4-부탄디올(1.00 g)을 메틸렌 클로라이드 50mL에 녹인 후 이 용

액에 메틸렌 클로라이드 10mL에 녹아 있는 트리에틸아민(1.87 g)을 6 ℃에서 10분 동안 적하하면서 교반하였다. 그런 다음, 상기 혼합 용액에 메틸렌 클로라이드 10mL에 녹아 있는 아크릴로일클로라이드(1.68 g) 용액을 15분 동안 적하하면서 반응시켰다. 반응 온도를 상온으로 올린 후 12시간 동안 반응을 지속한 다음 반응을 종결시키고, 반응 혼합물을 포화된 NaHCO_3 수용액으로 씻었다. 얻어진 유기층을 증류수로 3번 씻은 후 무수 MgSO_4 로 건조, 용매를 제거하여 TFBDA를 제조하였다(수득율 90%). 이를 에틸 아세테이트/헥산(1:10)의 전개 용매로 컬럼 크로마토그래피하여 무색의 액체로 정제하였다.

<59> IR(KBr) 1174, 1636, 1745, 2973 cm^{-1} ; ^1H NMR (CDCl_3) 4.83 (m, 4H), 6.13~6.73(m, 6H); ^{13}C NMR (CDCl_3) 59.8, 127.2, 133.2, 164.9; MS m/z 270.

<60> 실시예 6 ~ 7 및 비교예 1 ~ 4 : 광변색 박막 조성물의 제조

<61> 본 발명에서 제조된 디아릴에텐 화합물 및 공지된 디아릴에텐 화합물을 폴리카보네이트(PC) 용액 또는 불소화된 폴리에틸렌에 분산하여 각각의 디아릴에텐 화합물의 용해성을 비교하였다.

<62> 이때, 사용된 디아릴에텐 화합물들은 각각 상기 실시예 4에서 제조된 디아릴에텐 화합물인 1-(6'-(5-페닐이속사졸)-2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(PIMBTF6), 공지된 디아릴에텐 화합물인 1,2-비스(2-메틸-벤조[b]티오펜-3-일)헥사플루오로시클로펜텐(BTF6), 1-(6'-아세틸-2'-메틸-벤조[b]티오펜-3'-일)-2-(2'-메틸-벤조[b]티오펜-3'-일)헥사플루오로시클로펜텐(AMBTF6)이었다.

이러한 디아릴에텐 화합물 0.03 g(10 중량%)과, 폴리카보네이트(PC) 또는 불소화된 폴리에틸렌 0.27 g(90 중량%)을 클로로포름 1.2 g 및 트리클로로에틸렌 1.2 g으로 구성된 혼합용매에 용해시킨 후 상온에서 6시간 동안 교반하여 광변색 박막 조성물을 제조하였다. 그런 다음, 상용성정도를 관찰하여 다음 표 1에 나타내었다.

<63> 【표 1】

구분		디아릴에텐 유도체	고분자	용매	상용성정도*
실 시 예	6	PIMBTF6	폴리카보네이트 (PC)	클로로포름 + 트리클로로에틸렌	○
	7	PIMBTF6	불소화된 폴리에틸렌**	클로로포름 + 트리클로로에틸렌	△
비 교 예	1	BTF6	폴리카보네이트 (PC)	클로로포름 + 트리클로로에틸렌	○
	2	AMBTF6	폴리카보네이트 (PC)	클로로포름 + 트리클로로에틸렌	△
	3	BTF6	불소화된 폴리에틸렌	클로로포름 + 트리클로로에틸렌	×
	4	AMBTF6	불소화된 폴리에틸렌	클로로포름 + 트리클로로에틸렌	×
* 상용성 정도 : ○ = 상온에서 투명 용액 형성, △ = 중간, X = 불용, 상분리 및 불투명 용액 ** 불소화된 폴리에틸렌 : 제오넥스 480, 삼양사					

<64> 실시예 8 ~ 10 및 비교예 5 ~ 9 : 중합가능한 광변색 박막 조성물의 제조

<65> 본 발명에 따라 제조된 디아릴에텐 화합물 및 공지된 디아릴에텐 화합물을 불소화된 디아크릴레이트 단량체(TFBDA) 또는 THF에 분산하여 각각의 디아릴에텐 화합물들의

용해성을 비교하였다.

<66> 여기서, 디아릴에텐 화합물은 상기 실시예 6 ~ 7 및 비교예 1 ~ 4와 동일한 것을 사용하였다. 디아릴에텐 화합물 0.01 g(10 중량%)과 광개시제(1-히드로시클로헥실 페닐케톤) 0.002 g(2 중량%)을 상기 실시예 5에서 제조된 TFBDA 0.088 g(88 중량%)에 용해시킨 후 상온에서 30분 동안 교반하여 광변색 박막 조성물을 제조하였다. 그런 다음, 상용성정도를 관찰하여 다음 표 2에 나타내었다.

<67> 【표 2】

구분		디아릴에텐 유도체	용매	상용성정도*
실 시 예	8	PIMBTF6	TFBDA	○
	9	DPIMBTF6	TFBDA	○
	10	PIMBTF6	THF	○
비 교 예	5	BTF6	TFBDA	×
	6	AMBTF6	TFBDA	△
	7	IMBTF6	TFBDA	×
	8	AMBTF6	THF	○
	9	IMBTF6	THF	○
* 상용성 정도: ○ = 상온에서 투명 용액 형성, △ = 중간, × = 불용, 상분리 및 불투명 용액				

<68> 실시예 11 : 광변색 박막 조성물을 이용한 박막의 제조

<69> 상기 실시예 6에서 얻은 광변색 조성물을 0.45 미크론 주사기필터를 이용하여 거른

후 거른 용액을 바코터를 사용하여 유리판위에 도포하고, 50℃의 오븐에서 감압하에 12시간 건조시켜 유리판 위에 우수한 접착성을 보이고 강도가 우수한 투명한 박막을 제조하였다. 제조된 박막에 300 nm 이상의 빛을 조사하면 붉은색으로 변화되었고, 빛을 차단하고 암실에서 보관하면 붉은색이 유지되었다. 첨부도면 도 1은 365 nm의 단파장 조사시 PIMBTF6이 분산된 폴리카보네이트 광변색 박막의 흡수 스펙트럼의 변화를 나타낸 것이며, 여기서 점선은 빛을 조사하기 전이고, 실선은 빛을 조사한 다음 5분 후를 나타낸다.

<70> 비교예 10 ~ 11 : 광변색 박막 조성물을 이용한 박막의 제조

<71> 상기 비교예 1 및 2의 조성물을 각각 사용하여 상기 실시예 11과 동일한 제조방법에 따라 광변색 박막을 제조하여 각각 비교예 10 및 11을 얻었다.

<72> 실시예 12 ~ 13: 중합가능한 광변색 박막 조성물을 이용한 박막의 제조(광경화)

<73> 상기 실시예 8 ~ 9에서 제조된 광변색 조성물을 각각 0.45 미크론 주사기필터를 이용하여 거른 후 거른 용액을 유리판 사이에 주입한 후 자외선 노광으로 10분간 경화한 후 한쪽 유리판을 제거하여 유리판위에 우수한 접착성을 보이고 강도가 우수한 투명한 광변색 박막을 제조하였다. 제조된 박막에 300 nm 이상의 빛을 조사하면 붉은색으로 변화되었고, 빛을 차단하고 암실에서 보관하면 붉은색이 유지되었다. 첨부도면 도 2는 365 nm의 단파장 조사시 실시예 12의 박막의 흡수 스펙트럼의 변화를 나타낸 것이며, 여기서 점선은 빛을 조사하기 전이고, 실선은 빛을 조사한 다음 5분 후를 나타낸다.

<74> 비교예 12 : 중합가능한 광변색 박막 조성물을 이용한 박막의 제조(광경화)

<75> 상기 비교예 6의 조성물을 사용하여 상기 실시예 12와 동일한 제조방법에 따라 광변색 박막을 제조하여 비교예 12를 얻었다.

<76> 실시예 14 ~ 15: 중합가능한 광변색 박막 조성물을 이용한 박막의 제조(열경화)

<77> 광경화 대신 80 ℃에서 열경화시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 12 ~ 13과 동일한 성분 및 방법으로 박막을 제조하였다. 또한, 제조된 박막에 300 nm 이상의 빛을 조사하면 붉은색으로 변화되었고, 빛을 차단하고 암실에서 보관하면 붉은색이 유지되었다. 첨부도면 도 3은 365 nm의 단파장 조사시 실시예 14의 박막의 흡수 스펙트럼의 변화를 나타낸 것이며, 여기서 점선은 빛을 조사하기 전이고, 실선은 빛을 조사한 다음 5분 후를 나타낸다.

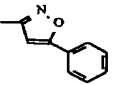
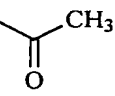
<78> 비교예 13 : 중합가능한 광변색 박막 조성물을 이용한 박막의 제조(열경화)

<79> 상기 비교예 6의 조성물을 사용하여 상기 실시예 14와 동일한 제조방법에 따라 광변색 박막을 제조하여 비교예 13을 얻었다.

<80> 시험예 1 : 광변색 박막 조성물로 제조된 박막의 광변색 특성 비교

<81> 상기 실시예 11 및 비교예 10 ~ 11에서 제조된 박막에 대하여 광변색 특성을 측정하였으며, 그 결과를 다음 표 3에 나타내었다.

<82> 【표 3】

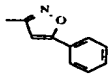
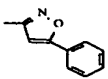
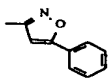
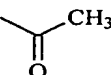
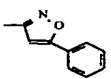
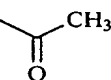
구분		광변색 조성물	디아릴에텐의 치환기		함량 (중량%)	박막두께 (μm)	λ_{max}	ΔOD^* (cm^{-1})
실 시 예	11	실시예 6	-H		10	5	540	235
비 교 예	10	비교예 1	-H	-H	10	3	526	148
	11	비교예 2	-H		10	5	539	174
* ΔOD 는 자외선 조사후의 λ_{max} 에서의 흡수치와 자외선 조사전의 λ_{max} 에서의 흡수치의 차이를 박막의 두께로 보정한 값이다.								

<83> 시험예 2 : 중합가능한 광변색 박막 조성물로 제조된 박막의 광변색 특성 비교

<84> 상기 실시예 12 ~ 14 및 비교예 12 ~ 13에서 제조된 박막의 광변색 특성을 측정하였고, 그 결과를 다음 표 4에 비교하여 나타내었다.

<85>

【표 4】

구분			광변색 조성물	디아릴에텐의 치환기		함량 (중량%)	박막두께 (μm)	λ_{max}	ΔOD^* (cm^{-1})
광경화	실시예	12	실시예 8	-H		10	12	539	259
		13	실시예 9			10	15	545	280
	비교예	12	비교예 6	-H		10	18	533	231
열경화	실시예	14	실시예 8	-H		10	17	538	185
	비교예	13	비교예 6	-H		10	12	540	180
* ΔOD 는 자외선 조사후의 λ_{max} 에서의 흡수치와 자외선 조사전의 λ_{max} 에서의 흡수치의 차이를 박막의 두께로 보정한 값이다.									

<86> 상기의 시험예 1 ~ 2에서, 본 발명의 광변색성 디아릴에텐 화합물인 PIMBTF6을 포함하는 조성물(실시예 11~14)은 기존의 광변색성 디아릴에텐 화합물인 BTF6을 포함하는 조성물(비교예 1) 및 AMBTF6(비교예 2, 6)에 비해 우수한 광변색 특성을 보였다. 또한, 불소화된 디아크릴레이트를 매질로 사용한 경우, 폴리카보네이트를 매질로 사용한 경우에 비해 광변색 특성이 대체적으로 우수하였다.

【발명의 효과】

<87> 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 이속사줄기로 치환된 디아릴에텐계 화합물은 여러 고분자 매체와의 상용성이 우수하고, 광중합이 가능한 불소화된 디아크릴레이트 단량

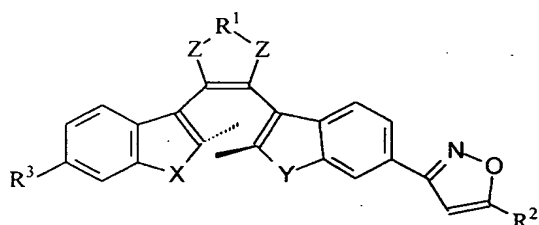
체에 분산이 가능하며, 광변색 특성이 우수한 신규한 광변색성 화합물로서, 이러한 화합물 자체 또는 이를 포함하는 광변색 조성물을 이용하여 광기록 매체, 광스위치, 감광드럼, 기록소자, 섬유 및 광학소자 등의 제조에 널리 효과적으로 적용할 수 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

다음 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 하는 이속사졸기로 치환된 신규한 광변색성 디아릴에텐계 화합물.

화학식 1



상기 화학식 1에서 :

R^1 은 결합선, 산소원자, 또는 불소로 치환 또는 비치환된 $C_1 \sim C_3$ 알킬렌기이고; R^2 는 수소원자, $(CR^4H)_nOH$ 또는 $C_6(R^5)_mH_l$ 이며; R^3 는 페닐이속사졸기,

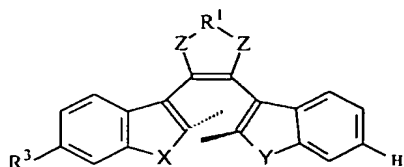
하이드록시메틸이속사졸기, 아세틸기, 수소원자, 하이드록시기, 페닐기 중에서 선택된 것이며; R^4 는 $C_1 \sim C_{10}$ 의 알킬기이며; R^5 는 R^4 와 같거나 염소, 니트로 또는 브롬이고; X 및 Y는 각각 독립적으로 산소, 질소 또는 황 원자이며; Z는 불소로 치환 또는 비치환된 메틸렌기 또는 카르보닐기이고; n, m 및 l은 1 ~ 5의 정수이다.

【청구항 2】

- 1) 다음 화학식 2로 표시되는 디아릴에텐계 화합물을 포밀화시키는 공정,
- 2) $NH_2OH \cdot HCl$ 및 염기성 수용액을 순차적으로 첨가하여 반응시킨 다음 N-클로로석신아미드(NCS)를 첨가하여 반응시키는 공정,

3) R^2 로 치환된 아세틸렌 화합물 및 염기성 촉매를 첨가하여 반응시키는 공정을 포함하는 것을 특징으로 하는 광변색성 신규 디아릴에테네 화합물의 제조방법.

화학식 2



상기 화학식 2에서 :

R^1 은 결합선, 산소원자, 또는 불소로 치환 또는 비치환된 $C_1 \sim C_3$ 알킬렌기이고; R^3 는 페닐이속사줄기, 하이드록시메틸이속사줄기, 아세틸기, 수소원자, 하이드록시기, 페닐기 중에서 선택된 것이며; X 및 Y는 각각 독립적으로 산소, 질소 또는 황 원자이며; Z는 불소로 치환 또는 비치환된 메틸렌기 또는 카르보닐기이다.

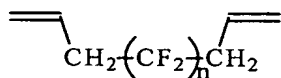
【청구항 3】

상기 화학식 1로 표시되는 화합물 0.1 ~ 90 중량%와; 폴리올레핀, 폴리카보네이트, 폴리메틸메타아크릴레이트, 폴리에스테르, 폴리비닐알코올, 폴리우레탄 및 폴리아미드 중에서 선택된 1종 이상의 수지 10 ~ 89.9 중량%와; 1종 또는 2종 이상의 유기용매 10 ~ 89.9 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 광변색성 디아릴에테네 조성물.

【청구항 4】

상기 화학식 1로 표시되는 화합물 0.1 ~ 90 중량%와; 다음 화학식 3으로 표시되는 불소화된 디아크릴레이트 단량체 10 ~ 99.8 중량%와; 불포화기를 가지는 단량체나 올리고머 0 ~ 80 중량%와; 열개시제 또는 광개시제 중에서 선택된 중합개시제 0.1 ~ 10 중량%와; 1종 또는 2종 이상의 유기용매 0 ~ 90 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 광변색성 디아릴에텐계 조성물

화학식 3



상기 화학식 3에서, n은 0 ~ 10의 정수이다.

【청구항 5】

제 3 항 또는 제 4 항에 있어서, 상기 유기용매는 아세톤, 헥산, 아세토니트릴, C₁ ~ C₁₀알콜, 디메틸포름아미드(DMF), 테트라알콕시실란, 트리알콕시실란, 디알콕시실란, 황산, 염산, 유기산, 디메틸술폭사이드, 피리딘, N-메틸피롤리돈(NMP), 술포란, 알파-메틸나프탈렌, 메톡시나프탈렌, 클로로나프탈렌, 디페닐에탄, 에틸렌글리콜, 퀴놀린, 디클로로메탄, 디클로로벤젠, 디클로로톨루엔, 프로필렌카보네이트, 크실렌, 메틸에틸케톤, 클로로포름, 메틸렌클로라이드, 트리클로로에탄, 트리클로로에틸렌, 테트라히드로퓨란, 1,4-디옥산 및 물 중에서 선택된 것임을 특징으로 하는 광변색성 디아릴에텐계 조성물.

【청구항 6】

제 4 항에 있어서, 상기 불포화기를 가지는 단량체는 메틸메타아크릴레이트, 부틸메타아크릴레이트, 스티렌, 알파-메틸스티렌 중에서 선택된 것임을 특징으로 하는 광변색성 디아릴에텐계 조성물.

【청구항 7】

제 4 항에 있어서, 상기 중합개시제는 벤조일퍼옥사이드, 2,2'-아조비스이소부티로니트릴(AIBN), 비스(1,1-디메틸에틸)퍼옥사이드(DTBP), 1-히드로씨클로헥실 페닐케톤, 벤조페논, 2-히드록시-1-[4-(히드록시에톡시)페닐]-2-메티-프로파논, 2,2-디메톡시-2-페닐아세토페논, 불소화된 디아릴티타노신 및 2,2-비스(히드록시메틸)프로피온산(DMPA) 중에서 선택된 것임을 특징으로 하는 광변색성 디아릴에텐계 조성물.

【청구항 8】

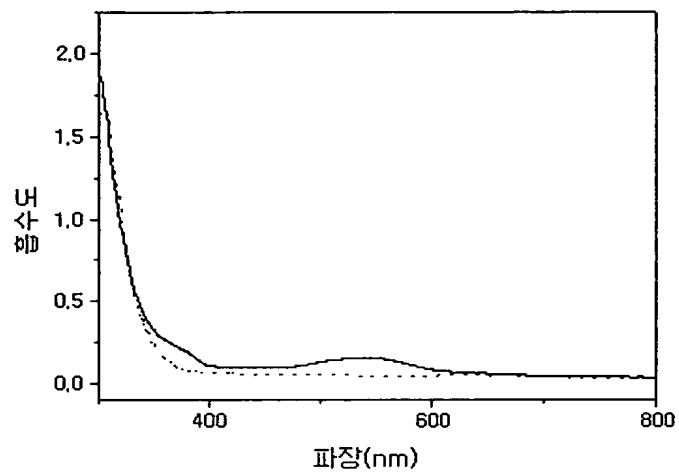
알루미늄 호일, 알루미늄 드럼, 알루미늄 판, 백금, 마일러 필름, 구리 판, 전도성 유리 및 전도성 플라스틱 중에서 선택된 전도성 전극 지지체; 또는 폴리프로필렌, 프로필렌 카보네이트, 폴리메틸메타아크릴레이트, 폴리우레탄, 통상의 플라스틱 및 통상의 유리 중에서 선택된 지지체상에 피복되어 이루어진 것으로, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물, 또는 상기 청구항 2 ~ 5 중에서 선택된 어느 한 항의 조성물을 포함하여 이루어진 것을 특징으로 하는 광변색성 디아릴에텐계 박막.

【청구항 9】

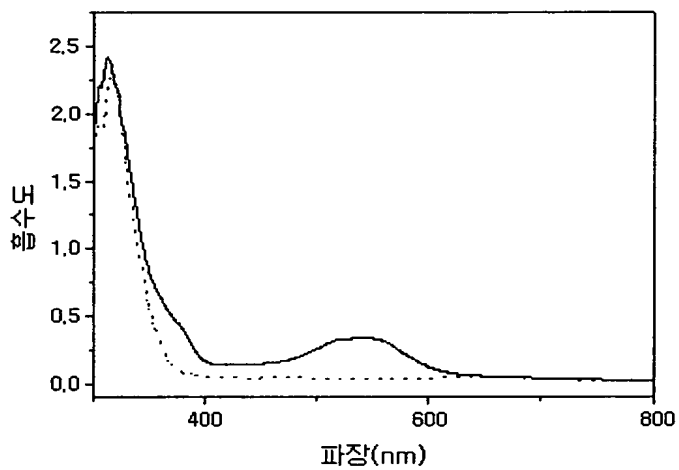
상기 화학식 1로 표시되는 화합물, 또는 청구항 2 ~ 5 중에서 선택된 어느 한 항의 조성물을 포함하여 이루어진 것을 특징으로 하는 광기록 매체, 광변색창, 표시소자, 플라스틱 거울, 광변색필터, 광스위치, 감광드럼, 기록소자, 태양전지, 렌즈, 섬유, 또는 광학소자.

【도면】

【도 1】



【도 2】



【도 3】

